

PCT/KR 03/02620
RO/KR 01.12.2003



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

Best Available Copy

출원 번호 : 10-2002-0082792
Application Number

출원 년 월 일 : 2002년 12월 23일
Date of Application

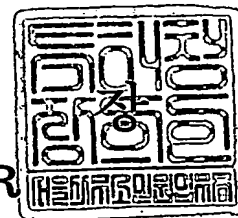
출원인 : 재단법인 포항산업과학연구원
Applicant(s) Research Institute of Industrial Science & Techr



2003 년 11 월 11 일

특 허 청

COMMISSIONER



**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【참조번호】	0015
【제출일자】	2002.12.23
【발명의 명칭】	저항가열 보트 및 그 제조방법
【발명의 영문명칭】	Resistance-heated boat and manufacturing method thereof
【출원인】	
【명칭】	재단법인 포항산업과학연구원
【출원인코드】	3-1999-900187-3
【대리인】	
【성명】	홍재일
【대리인코드】	9-1998-000620-8
【포괄위임등록번호】	1999-045799-1
【발명자】	
【성명의 국문표기】	정재인
【성명의 영문표기】	JEONG, Jae In
【주민등록번호】	630124-1538528
【우편번호】	790-885
【주소】	경상북도 포항시 남구 연일읍 유강리 대림한숲타운 108-1401호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	임태균
【성명의 영문표기】	LIM, Tae Gyoon
【주민등록번호】	721108-1830213
【우편번호】	660-881
【주소】	경상남도 진주시 사봉면 방촌리 등건 913
【국적】	KR
【심사청구】	청구
【취지】	특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인 홍재일 (인)

【수수료】

【기본출원료】 20 면 29,000 원

【가산출원료】 4 면 4,000 원

【우선권주장료】 0 건 0 원

【심사청구료】 10 항 429,000 원

【합계】 462,000 원

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】**【요약】**

본 발명에 따른 저항가열 보트는, 저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트에 있어서, 보트 형상으로 가공되는 흑연층(31)과; 상기 흑연층(31) 표면에 형성되어, 상기 흑연층(31)이 상기 금속증발물과 반응하지 않도록 하는 보호층(30)을 포함하고, 상기 보호층(30)은 알루미늄 리치층(32)과 질소화합물층(33)을 포함하는 것을 특징으로 하고,

상기와 같은 구조의 저항가열 보트에 대한 제조방법은, 저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트의 제조방법에 있어서, 흑연층(31)을 증발시키고자 하는 물질을 위치시킬 수 있도록 표면에 증발부위 홀(2)을 갖는 보트 형태로 가공하는 단계와; 상기 흑연층(31) 표면에 질소화합물을 코팅시키는 단계와; 상기 흑연층(31)의 증발부위 홀(2)에 알루미늄을 위치시킨 후, 열처리를 통해 상기 질소화합물과 알루미늄을 반응시켜서, 흑연층(31)의 표면에 상기 흑연층(31)이 상기 금속증발물과 반응하지 않도록 하는 보호층(30)을 형성시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하며, 본 발명에 의하면, 알루미늄을 포함하는 금속을 안정적이면서도 연속적으로 증발시킬 수 있게 된다.

【대표도】

도 3

【색인어】

저항가열 증발원, 흑연 보트, 진공증착, 보호층, 화합물 형성

【명세서】

【발명의 명칭】

저항가열 보트 및 그 제조방법{Resistance-heated boat and manufacturing method thereof}

【도면의 간단한 설명】

도 1a는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 형상을 나타낸 평면도이고,

도 1b는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 형상을 나타낸 측면도이고,

도 2는 본 발명에 따른 보트 제조장치를 나타내는 개략도이고,

도 3은 본 발명에 따른 저항가열 보트의 보호층 형성을 보여주는 단면 구성도이고,

도 4는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 보호층 형성을 보여주는 단면 확대사진이다.

도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명

1.....몸체부 2.....증발부위 홀

10....저항가열 보트 20....보트 제조장치

21....홀더 지지대 23....수냉 블록

24....보트 홀더 30....보호층

31....흑연층 32....알루미늄 리치층

33....질소화합물층 34....붕소 화합물층

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- 13> 본 발명은 저항가열식 진공증착에 의해 피막을 증착시키기 위한 저항가열 보트 및 그 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 흑연을 보트 형상으로 가공한 후 특정 화합물을 코팅 시킴으로써, 알루미늄 등의 금속을 안정적이고 연속적으로 증발시킬 수 있는 저항가열 보트 및 그 제조방법에 관한 것이다.
- 14> 진공증착은 알루미늄이나 은, 금, 구리, 주석 등의 물질을 금속이나 유리, 또는 플라스틱 등의 소재에 코팅하는 일반적인 방법으로, 진공을 이용하는 물리증착 기술 중의 하나이다. 물리증착 기술은 기존 습식도금 방법에 비해 환경에 미치는 영향이 매우 적기 때문에 그 응용이 점차 증가하고 있다. 물리증착에는 크게 진공증착, 스퍼터링 그리고 이온플레이팅이 있으며, 알루미늄을 포함하는 금속을 증착할 경우, 일반적인 용도에는 진공증착과 스퍼터링 방법이 주로 이용되며, 내식성 및 피막의 밀착력 그리고 밀도를 향상시키기 위한 목적의 경우는 이온플레이팅 방법을 주로 이용하고 있다.
- 5> 진공증착을 이용하여 박막을 제조하는 방법에는 크게 저항가열식 진공증착, 유도가열식 진공증착, 그리고 전자빔 가열식 진공증착 방법이 사용되고 있다. 유도가열식 진공증착은 고주파를 이용하기 때문에, 주변장치가 복잡하여 대형 코팅장치에 주로 사용되고 있다. 그리고, 전자빔 진공증착은 증발시킬 수 있는 물질이 다양하여, 실험실적인 피막 제조는 물론 대형 플랜트에서도 폭 넓게 이용되고 있으나, 가격이 비싸다는 단점이 있다. 반면에, 저항가열 방식

은 설치가 간단하고 가격이 저렴하여 다양한 분야에서 이용되고 있으나, 증발시킬 수 있는 물질이 제한된다는 단점이 있다.

- 16> 저항가열 방식이란, 내화물 금속이나 금속간 화합물을 보트나 도가니 또는 필라멘트 형태로 가공한 증발원을 이용하여 물질을 증발시키는 방식을 말하는데, 여기서 증발원이란 가공된 몸체에 전류를 직접 통과시켜 가열시킴에 의해 증발원 내에 담겨있는 물질을 녹여 증발시키는 물체를 통칭하는 것이다. 일반적으로 보트 형태의 증발원을 많이 이용하므로, 보트 형태의 증발원을 보트라고 칭하므로, 이하에서는 저항가열식 진공증착에 이용되는 증발원을 보트라고 칭한다. 저항가열식 보트로 사용되는 물질에는, 텅스텐이나 몰리브덴, 탄탈륨 등과 같은 내화물 금속과, 비정질 탄소나 흑연 또는 금속간 복합 화합물 (TiB_2 , BN) 등이 있으며, 이들 재료를 코일이나 보트 또는 도가니 형태로 가공하여 사용하고 있다. 이들을 이용하여 용점이 낮고 반응성이 낮은 금속에 대해 높은 순도를 가진 피막을 용이하게 형성하는 것이 가능하다.

- 17> 알루미늄은, 색상이 미려하고 가시광선과 자외선 영역에서 반사율이 높으며, 대기중에서 내식성이 우수하여, 화장품 케이스나 악세사리 등의 장식용 피막은 물론, 유리나 금속의 빛 반사용 코팅, 반도체의 도전막, 자성재료나 강판의 보호피막, 브라운관용 형광체의 후면 반사 방지용 피막제조, 콘덴서용 필름 제조, 포장지나 웹의 포장성 및 상품성 향상과 플라스틱 보호피막 제조 등에 매우 폭 넓게 이용되고 있다. 최근에는 우주개발이나 항공산업이 크게 발달하면서 각종 소재에 알루미늄을 피막처리 함으로서 내식성 및 기계적 성질을 우수하게 하는 연구가 활발히 진행되고 있다.

- 18> 한편, 알루미늄은 녹는점이 낮은 반면 증기화 되는 온도가 높고, 용융 알루미늄이 다른 물질과의 반응성이 크기 때문에, 통상의 저항가열식 보트를 이용한 증발은 매우 어렵다. 즉, 알루미늄과 내화물 금속이 반응하여 화합물을 형성하면서 보트 자체가 파손되는 것이다. 따라

서, 지금까지 알루미늄을 증발시키기 위해서는, 텅스텐 와이어를 필라멘트 형태로 만들어 증발에 이용하는 단발적 증발방식을 이용하거나, 알루미늄의 젖음성(또는 퍼짐성이라고도 함, Wetting성)이 우수하고 알루미늄과의 반응성이 낮은 금속간 화합물 보트(TiB_2 ·BN, BN 보트 또는 BN 히터라고도 함)를 주로 이용하고 있다. 텅스텐 필라멘트를 이용하는 방식은 진공증착 기술이 알려진 초기부터 널리 이용되는 방법으로, 알루미늄이 텅스텐 표면에 젖으면서 증발되는 원리를 이용한 것이며, 증발율이 높은 반면 알루미늄이 텅스텐 표면으로 퍼지면서 텅스텐과 반응하기 때문에 수명이 매우 짧다는 단점이 있다.

19> BN 보트는 이브롬화티타늄(TiB_2) 분말과 질화붕소(BN) 분말을 대략 50:50의 중량%로 조절하여 고온, 고압에서 소결하여 제조하며, 특성 향상을 위해 다양한 물질을 첨가하기도 한다. 상기 BN 보트에서, 이브롬화티타늄은 전기 전도체 및 젖음성을 좋게 하기 위한 것이며, 질화붕소는 지지체 및 결합체 역할을 수행한다. 지금까지 이러한 BN 보트에 대한 많은 특허가 출원되어 있다.

10> 상기 BN 보트에 관한 특허들은, 보트의 수명이나 젖음 특성 등의 향상을 이루고자 하는 것이 주를 이루고 있다. 그러나, 상기 BN 보트는 가격이 비싼 원료를 이용하며, 고온, 고압의 분위기에서 소결하여 이루어지므로, 보트의 가격이 매우 비싸다는 단점과 재활용이 거의 불가능하다는 단점이 있다. 이러한 문제점을 해결하고자 미국 특허 4,847,031호에서는 BN 보트의 재활용 수단을 제시하고 있다. 그러나, 재활용 역시 초기의 제조 공정과 유사한 방법을 거치므로 경제적으로 그다지 이점이 많지 않다. 뿐만 아니라 종종 알루미늄 덩어리가 밖으로 튀어나와 기판에 달라붙는 소위 스플래쉬(Splash) 현상 등도 문제점으로 지적되고 있다. 이러한 스플래시(Splash) 현상은 젖음성과 연관이 있으며 이를 해결하기 위한 노력은 지금도 계속되고 있다.

21> 흑연은 가격이 저렴할 뿐만 아니라, 저항가열 보트로 사용하게 되면, 흑연에 젖음성이 있어서 반응성이 작은 물질들은 증발이 가능하다. 그러나 알루미늄과 같이 흑연과 반응하여 금속간 화합물을 형성하는 물질을 증발시키는 데는 여러가지 문제점이 있다. 따라서, 지금까지는 흑연을 도가니 형태로 가공하여 유도가열용 증발원 또는 전자빔용 라이너 등 극히 제한적 용도로만 사용하여 왔다. 흑연을 보트로 이용하여 구리나 은 등을 증발시킬 경우에는, 젖음성이 좋지 않아 증발물이 비산되어 증발율이 현격히 저하되어 사용이 곤란하며, 알루미늄이나 철과 같이 흑연과 반응성이 큰 물질의 경우는 보트 자체가 파손되기 때문이었다.

22> 본 발명자는 흑연이 파손되는 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해, 실험적으로 알루미늄을 증발시키는 방법에 관한 발명 "알루미늄 증발용 보트의 제조방법 (대한민국 특허 088573호)"에 관한 특허를 출원한 바 있다.

3> 그러나 상기 특허의 경우, 실험실적으로의 응용을 위한 단속적 증발의 경우에는 문제가 없으나, 물질을 연속적으로 증발시키는 경우 알루미늄이 증발면 밖으로 흘러나와 홀더 부분에서 흑연과 반응하여 보트가 파손되거나 증발물이 홀더 부분에 쌓이는 문제, 그리고 알루미늄의 손실이 다량 발생한다는 등의 문제점이 드러나고 있다. 즉, 알루미늄이 남아 있는 상태로 증발이 이루어지는 것이다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

> 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 안출한 것으로서, 가격이 저렴한 흑연을 이용하면서 흑연과의 젖음성이 나쁘거나 반응성이 큰 알루미늄과 같은 금속을 안정적이며 연속적으로 증발시킬 수 있는 저항가열 보트 및 그 제조방법을 제공하는 것을 본 발명의 기술적 과제로 한다.

【발명의 구성 및 작용】

- 25> 상기와 같은 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명에 따른 저항가열 보트는, 저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트에 있어서, 보트 형상으로 가공되는 흑연층과; 상기 흑연층 표면에 형성되어, 상기 흑연층이 상기 금속증발물과 반응하지 않도록 하는 보호층을 포함하고, 상기 보호층은 알루미늄 리치층과 질소화합물층을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- 26> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트는, 상기 보호층이 덩어리 결정 형태로 분포하는 붕소화합물층을 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- 27> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트는, 상기 보호층의 두께가 20 내지 200 μ m인 것을 특징으로 한다.
- 28> 그리고, 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트의 제조방법에 있어서, 흑연층을 증발시키고자 하는 물질을 위치시킬 수 있도록 표면에 증발부위 홀을 갖는 보트 형태로 가공하는 단계와; 상기 흑연층 표면에 질소화합물을 코팅시키는 단계와; 상기 흑연층의 증발부위 홀에 알루미늄을 위치시킨 후, 열처리를 통해 상기 질소화합물과 알루미늄을 반응시켜서, 흑연층의 표면에 상기 흑연층이 상기 금속증발물과 반응하지 않도록 하는 보호층을 형성시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- 29> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 질소화합물을 코팅시키는 단계에 있어서, 알루미늄과 질소화합물 사이의 반응을 촉진시키기 위한 촉매제를 상기 질소화합물과 함께 코팅시키는 것을 특징으로 한다.

- 30> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 질소화합물을 코팅시키는 단계에 있어서, 상기 질소화합물은 질화붕소인 것을 특징으로 한다.
- 31> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 촉매제는 산화알루미늄, 티타늄, 바나듐, 철 및 실리콘으로 이루어진 군중에서 1종 이상을 선택하는 것을 특징으로 한다.
- 32> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 상기 코팅된 두께가 0.005 내지 0.4g/dm²이 되도록 하는 것을 특징으로 한다.
- 33> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 스프레이 방식으로 코팅시키는 것을 특징으로 한다.
- 34> 또한, 상기 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법은, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 페인트 방식으로 코팅시키는 것을 특징으로 한다.
- 5> 이하에서는 본 발명에 따른 저항가열 보트 및 그 제조방법의 바람직한 실시예를 도면을 참조하여 상세하게 살펴본다.
- 6> 도 1a에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 형상을 나타낸 평면도가 도시되어 있고, 도 1b에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 형상을 나타낸 측면도가 도시되어 있다.
- 7> 도시된 바에 따르면, 보트(10)는 몸체부(1)와, 몸체부(1)의 중앙 부위에 형성된 증발부위 홀(2)로 구분될 수 있다. 상기 증발부위 홀(2)에는 진공증착 과정에서 기판에 증착시키고자 하는 금속증발물이 위치하게 된다. 그리고, 상기와 같이 몸체부(1)와 증발 부위 홀(2)로 구성되는 보트(10)는, 보트 제조장치(도 2참조)에 의해 지지되면서 진공증착 과정에 이용된다.

- 38> 도 2에는 본 발명에 따른 저항가열 보트를 제조하기 위한 보트 제조장치가 도시되어 있다.
- 39> 도시된 바와 같이, 보트 제조장치(20)는 다수의 보트(10)를 장착할 수 있도록 구성되는 것이 바람직하다. 상기 보트 제조장치(20)는, 다수의 보트(10)를 고정시키기 위한 다수의 보트 홀더(24)와, 상기 보트(10)의 냉각 및 상기 다수의 보트 홀더(24)의 지지를 위한 다수의 수냉블럭(23), 그리고 상기 다수의 수냉 블럭(23)을 지지하기 위한 홀더 지지대(21)로 구성된다. 상기와 같은 구성을 가지는 보트 제조장치(20)에, 표면에 코팅층이 형성된 다수의 보트(10)를 설치한 후, 열처리를 통해 본 발명에 따른 저항가열 보트를 다수 제조할 수 있게 된다.
- 40> 다음에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법에 대해 살펴본다.
- 41> 먼저, 흑연을 보트 형태로 가공하여 몸체부(1)와 증발부위 홀(2)로 구성되는 보트(10)를 형성한다. 그리고, 상기 보트(10)에 질소화합물을 스프레이 방식으로 코팅한 다음 일정 시간 동안 건조시킨다. 이때, 상기 질소화합물은 단독으로 또는 다른 첨가물과 함께 상기 보트(10)에 코팅되도록 구성할 수 있고, 상기 코팅 방법도 스프레이 방식은 물론 페인트 방법도 가능하다.
- 42> 한편, 상기 코팅층의 두께가 0.005g/dm^2 이하가 되면, 그 두께가 너무 얇아서 열처리시 보호층이 제대로 형성되지 않고, 알루미늄이 흑연층과 반응할 염려가 있다. 또한, 상기 코팅층의 두께가 0.4g/dm^2 이상이 되면, 그 두께가 너무 두꺼워서 경제성이 떨어지고, 열전달이 제대로 이루어지지 않아서 반응속도가 너무 느리다는 단점이 있다. 따라서, 상기 흑연층 표면에 형성되는 코팅층의 두께는 0.005 내지 0.4g/dm^2 이 되도록 하는 것이 바람직하다.

- 43> 그리고, 상기 질소화합물과 함께 첨가되는 첨가물은, 알루미늄과 질화붕소가 반응이 잘 일어나도록 하기 위한 촉매제 역할을 하는 것으로서, 산화알루미늄, 티타늄, 바나듐, 철 및 실리콘 등이 포함될 수 있다. 상기와 같이 질소화합물과 함께 첨가되는 촉매제는, 열처리시 질소화합물과 알루미늄 사이의 반응을 촉진시키는 역할 외에, 흑연층에 존재할 수도 있는 불순물을 제거하는 역할도 수행하게 된다.
- 44> 상기와 같은 과정을 통해 표면에 코팅층이 형성된 보트(10)를 도 2의 보트 제조장치(20)에 장착한다. 그리고, 상기 장착된 보트(10)의 증발부위 홀(2)에 알루미늄을 넣어서 열처리를 하면, 알루미늄과 질소화합물이 반응을 하여, 흑연 표면 위에 알루미늄 리치층과 질소화합물층을 포함하는 보호층이 형성된다. 즉, 질소화합물의 코팅층에 알루미늄을 위치시킨 후 열처리를 하게 되면, 알루미늄의 일부는 상기 질소화합물의 질소와 반응하여 안정된 질화알루미늄을 형성하게 되어, 상기 보호층에는 알루미늄을 주요 성분으로 하는 알루미늄 리치층과, 질화알루미늄을 주요 성분으로 하는 질소화합물층이 형성된다.
- 45> 여기서, 상기 보호층에 형성되는 질소화합물층은, 질화알루미늄을 주요 성분으로 하는 것으로서, 코팅시 첨가되는 질소화합물과는 그 성분이나 성질이 다르다. 예를 들면, 상기 코팅시 첨가되는 질소화합물로서 질화붕소를 이용하게 되면, 상기 보호층은 알루미늄 리치층, 붕소화합물층, 그리고 질화알루미늄을 주요 성분으로 하는 질소화합물층으로 구성된다.
- 46> 따라서 본 발명에 따른 저항가열 보트를 이용하여 진공증착 시키는 경우, 상기와 같은 과정에 의해 제조되는 보트(10)의 증발부위 홀(2)에, 진공증착 과정에서 기판에 증착시키고자 하는 금속증발물, 예를 들면 알루미늄을 위치시킨 후, 상기 보트에 전류를 공급하여 저항 가열식으로 상기 금속증발물을 증발시켜서 기판에 증착시키게 된다.

- 47> 다음에는 상기와 같은 제조방법에 의해 제조되는 본 발명에 따른 저항가열 보트에 대해 살펴본다.
- 48> 도 3에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 보호층 형성을 보여주는 단면 구성도가 개략적으로 도시되어 있다.
- 49> 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 저항가열 보트는 크게 흑연층(31)과, 상기 흑연층(31)이 알루미늄 등의 금속중발물과 반응하는 것을 방지하기 위해 흑연층(31)의 표면에 형성되는 보호층(30)으로 구분될 수 있다. 그리고, 상기 보호층(30)은 알루미늄 리치층(32)과 질소화합물층(33)을 포함하게 되는데, 도 3의 실시예에서는 흑연층(31) 표면에 질화붕소를 코팅시킨 경우이다.
- 50> 도시된 바와 같이, 본 실시예에서의 보호층(30)은 알루미늄 리치층(32)과 질소화합물층(33), 그리고 붕소화합물층(34)으로 구성된다. 그리고, 더욱 상세하게 살펴보면, 흑연층(31)의 표면위에 알루미늄 리치층(32)이 형성되고, 상기 알루미늄 리치층(32) 표면에 질소화합물층(33)이 형성되며, 붕소화합물층(34)은 상기 알루미늄 리치층(32) 내부에 다수개의 덩어리 형태의 결정 모양으로 분포되어 있다. 한편, 상기 붕소화합물층(34)은 붕화알루미늄으로 주로 구성되어 있고, 질소화합물층(33)은 보호층(30) 전체에 고르게 퍼져있다.
- 51> 그리고, 상기 붕소화합물층(34)은, 열처리 초기에는 보호층(30)의 최상단에 형성된 질소화합물층(33)에도 존재하게 되지만, 열처리가 진행됨에 따라 점점 하강하여, 도 3에 도시된 바와 같이 알루미늄 리치층(32)으로 이동하게 되고, 일부 붕소화합물층(34)은 흑연층(31)에까지 이동하게 된다. 상기 붕소화합물층(34)은 코팅되는 질소화합물이 질화붕소인 경우에만 발생하는 화합물이므로, 질화붕소 이외의 다른 질소화합물을 코팅시켰을 경우에는 다른 화합물이 발생될 것이다. 예컨대, 질화티타늄을 코팅시켰을 경우에는 티타늄화합물이 발생될 것이다. 다

만, 상기 발생되는 붕소화합물, 티타늄화합물과 같이 코팅되는 질소화합물에 따라 다르게 발생되는 상기 화합물은, 그 자체적으로 안정적이어서 증착시키고자 하는 금속증발물과 반응하지 않아야 하고, 보트 내에서 불순물로 작용하지 않아야 한다.

52> 한편, 상기 보호층(30)의 두께가 $20\mu\text{m}$ 이하인 경우에는, 그 두께가 너무 얇아서 흑연(31) 보호의 효과가 효율적으로 나타나지 않게 된다. 또한, 상기 보호층(30)의 두께가 $200\mu\text{m}$ 이상인 경우에는, 그 두께가 너무 두꺼워서 보호층(30)을 형성하는데 있어서 경제성이 나빠지고, 형성된 보호층(30)도 열손실이 커져서 금속증발물의 증발시 나쁜 영향을 미치게 된다. 따라서, 본 발명에 따른 저항가열 보트(10)의 보호층(30)은, 그 두께가 20 내지 $200\mu\text{m}$ 인 것이 바람직하다.

53> 이하에서는 상기 금속증발물이 알루미늄인 경우를 예로 들어서, 상기와 같은 구조를 갖는 본 발명에 따른 저항가열 보트를 이용하여 금속증발물이 증발되는 원리와, 금속증발물이 흑연과 반응하지 않고 장시간 증발이 가능한 이유를 설명하면 다음과 같다.

54> 적정량의 알루미늄을 보트(10)의 증발부위 홀(2)에 장입하여 진공을 형성한 후 보트(10)에 전력을 인가한다. 전력이 인가된 상기 보트(10)는 서서히 가열되는데, 보트(10)의 온도가 알루미늄의 용융 온도 보다 높게 되면, 알루미늄이 녹으면서 보호층인 질소화합물층(33) 사이로 젖어 들어가게 된다. 이러한 상태에서 전력을 높여, 보트(10)의 온도를 알루미늄이 증발되는 온도 이상으로 가열하면, 질소화합물층(33)에 젖어있는 알루미늄이 증발하게 된다. 이때, 알루미늄은 증발부위

홀(2) 전체로 젖어 들어가면서 높은 증발율로 증발이 이루어지게 되는 것이다. 알루미늄이 높은 증발율로 증발이 일어나면서도 흑연층(31)과 반응하지 않는 이유는 반응에너지 측면에서 설명할 수 있다. 즉, 알루미늄이 보호층인 질소화합물층(33)에 젖어 들어가는 에너지가, 알루미늄이 흑연층(31)과 반응할 때의 에너지 보다 낮아서, 알루미늄이 흑연층(31)과 반응하지 않게 되는 것이다. 이는 도 3에 도시된 바와 같이, 알루미늄을 주요 성분으로 하는 알루미늄 리치층(32)이, 질소화합물층(33)과 흑연층(31)의 표면 사이에 존재하더라도, 탄화알루미늄 같은 탄소 화합물을 형성시키지 않는다는 사실로부터도 쉽게 이해할 수 있다.

- 55> 다음에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법에 대한 일 실시예에 대해 살펴본다.
- 56> 본 실시예는 브라운관용 코팅에 이용하기 위해, 펠렛을 일정시간 단위로 공급하는 방식의 알루미늄 코팅에 사용되는 저항가열 보트를 제조하는 경우로서, 상기 제조 과정은 진공 열처리를 이용한다.
- 57> 우선, 밀도가 1.8 g/cm^3 이고, 비저항이 $1,100 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ 인 흑연을, 몸체부(1)가 가로 11 cm, 세로 0.6 cm, 그리고 높이가 0.4 cm가 되도록 가공하고, 증발부위 홀(2)의 크기는 가로가 6 cm, 세로가 0.4 cm이고, 깊이가 0.25 cm가 되도록 가공한다. 상기와 같이 증발부위 홀(2)을 갖도록 가공된 보트(10)에 산화알루미늄과 티타늄 및 바나듐이 첨가된 질화붕소를 0.15 g/dm^2 의 두께로 스프레이 방식으로 코팅한 한 다음 일정시간 건조시킨다.
- 58> 다른 첨가물은 알루미늄과 질화붕소가 반응이 잘되도록 하는 촉매 역할을 하는 것으로, 산화알루미늄, 티타늄, 바나듐, 철 및 실리콘 등이 포함되며, 중량%는 5% 이하에서 조절하였다. 그리고, 질화붕소의 코팅층의 두께는 대략 0.05 내지 4 g/dm^2 이 되도록 제조하는 것이 바람직하다.

59> 상기와 같은 과정을 통해 코팅층이 형성된 보트(10)를, 도 2에 도시된 보트 제조장치 (20)의 보트 홀더(24)에 장착한 다음, 0.3 g의 알루미늄 와이어를 증발부위 홀(2)에 넣는다. 그리고, 진공 펌프(도시되지 않음)를 이용하여 10^{-5} 토르 이하로 배기한 후, 가열용 전원장치(도시되지 않음)에 전력을 인가하여 알루미늄과 질화붕소를 열처리를 통해 반응시킨다. 이때, 상기 열처리시 보트(10)에 인가된 전압은 4.5V였으며, 전류는 반응 시간에 따라 80 내지 110A 까지 변동되었다. 상기 실시예에서의 반응 시간은 5분이고, 반응 온도는 1300 내지 1500℃이었다. 이와 같은 과정을 한번 또는 여러번 반복하여, 알루미늄과 흑연(31)이 반응하는 것을 막아주는 보호층(30)을 형성시킨다. 상기와 같은 과정을 통해 본 발명에 따른 저항가열 보트(10)가 완성되는데, 이때 상기 열처리에 의한 보호층(30) 형상에 있어서 진공중 또는 불활성 가스 분위기에서 모두 가능하다.

10> 도 4에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 보호층 형성을 보여주는 단면 확대사진이 나타나 있다.

11> 붕소화합물층(34)은 붕화알루미늄으로 주로 구성되어 있고, 덩어리 형태의 결정 모양을 하고 있으며, 질소화합물층(33)은 보호층(30) 전체에 고르게 퍼져있다. 한편, 상기 실시예의 방법으로 형성된 보호층(30)의 두께는 100 mm 이었다. 보호층(30)에 존재하는 불순물 등을 다양한 분석기기를 이용하여 분석한 결과, 반응이 이루어지지 않은 보호층(30)의 경우는 첨가제로 사용된 산화알루미늄, 티타늄, 바나듐 등의 불순물이 표면층에 존재하였으나, 적절한 조건에서 반응된 보호층(30)은 금속성분이나 다른 불순물 등은 존재하지 않았다. 앞서 언급한 데로 본 실시예에서 첨가제를 사용하는 이유는, 질화붕소와 알루미늄의 반응을 촉진시키기 위한 것이다.

- 62> 상기 실시예의 방법으로 제조한 보트(10)에 대해, 펠렛 공급이 가능한 증착 장치에서 보트(10)의 수명을 확인한 결과, 400회 이상의 증착이 가능함을 확인하였다. 이때 사용된 펠렛 하나의 무게는 35mg이었다. 또한 상기 실시예로 제조된 보트(10)를 이용하여 알루미늄을 1500 Å 코팅하여 반사율 및 성분을 조사한 결과, 기존의 BN 보트와 동등하거나 그 이상의 결과를 얻을 수 있어서, 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 저항가열 보트의 유용성을 확인하였다.
- 63> 다음에는 본 발명에 따른 저항가열 보트의 제조방법에 대한 두번째 실시예에 대해 살펴 본다.
- 64> 본 실시예는 포장지나, 웹, 그리고 콘덴서용 필름 제조에 이용되는 알루미늄 피막을 제조하는데 사용하기 위한 보트(10)를 구현한 것으로, 알루미늄 와이어를 연속으로 공급하는 알루미늄 코팅 장치용 보트(10)를 제조하되, 아르곤 가스 분위기에서 열처리를 실시하여 제조한 경우이다.
- 65> 우선 밀도가 1.76 g/cm^3 이고 비저항이 $1200 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 인 흑연 덩어리에 대해, 몸체부(1)가 가로 15 cm, 세로 1.9 cm, 그리고 높이가 7 cm가 되도록 가공하고, 증발부위 홀(2)의 크기는 가로가 10 cm, 세로가 1.5 cm이고, 깊이가 0.2 cm가 되도록 가공하였다. 이렇게 가공된 보트(10)에 0.1 g/dm^2 의 질화붕소를 페인트 기법을 이용하여 코팅한 후 일정시간 건조시켰다.
- 66> 다음에 전원이 장착된 용기내에 상기와 같이 건조된 보트(10)를 장착하고, 알루미늄 와이어를 3g 장입한 다음, 아르곤 가스를 주입하여 용기내에 존재하는 공기를 제거하였다. 다음에 한쪽에서는 아르곤 가스를 주입하고, 한쪽으로는 아르곤 가스가 빠지도록 하는 방식을 채택하여, 아르곤 가스 분위기를 조성하였다. 용기가 아르곤 가스로 채워진 다음, 전원에 전력을 인가하여 열처리를 통해 알루미늄과 질화붕소를 반응시켰다. 반응시 전력은 전압을 5V로 하고

, 전류는 400-600A 사이에서 변동하도록 설정하였다. 반응이 완료되면, 전력을 변동시키지 않고 10분간 열처리를 실시하였다. 상기와 같은 과정을 거쳐서 본 발명에 따른 저항가열 보트를 제조하였다.

37> 그리고, 본 실시예의 방법으로 제조된 저항가열 보트에 대해, 와이어 연속 공급을 이용하는 증착장치를 이용하여 보트(10)의 수명을 조사하였다. 이때 공급된 알루미늄 와이어의 지름은 1.6cm이며, 와이어 공급속도는 40cm로 조절하였다. 그 결과, 보트(10)가 파손되지 않고 8시간 이상 연속 증발이 가능함을 확인하였다.

68> 본 실시예의 방법으로 제조된 저항가열 보트를 이용한 연속 증발실험에서, 기존의 BN 보트에서 문제점으로 지적된 스플래시 현상을 관찰한 결과, 상기와 같은 과정을 통해 제조된 본 발명에 따른 저항가열 보트의 경우에 스플래시 현상은 관찰되지 않았다.

【발명의 효과】

69> 상기와 같은 구성을 가지는 본 발명에 따른 저항가열 보트 및 그 제조방법에 의하면, 알루미늄을 포함하는 금속을 안정적이면서도 연속적으로 증발시킬 수 있으므로, 브라운관용 알루미늄 코팅은 물론, 롤코팅 시스템을 이용하여 연속 증착을 수행하는 포장재 생산업체, 콘덴서, 도전성 포장필름 등 전자부품 생산업체 등 다양한 분야의 증착 공정에 이용이 가능하다. 특히, 기존의 BN 보트 대비 가격이 저렴하고, 우수한 증발 특성을 보임으로써, 공정의 안정성으로 인한 수율 제고 및 품질향상은 물론, 최종 제품의 생산성 향상 등 경제적 효과를 제공할 것으로 기대된다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트에 있어서,
보트 형상으로 가공되는 흑연층(31)과;
상기 흑연층(31) 표면에 형성되어, 상기 흑연층(31)이 상기 금속증발물과 반응하지 않도록 하는 보호층(30)을 포함하고,
상기 보호층(30)은 알루미늄 리치층(32)과 질소화합물층(33)을 포함하는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트.

【청구항 2】

제1항에 있어서, 상기 보호층(30)은 덩어리 결정 형태로 분포하는 붕소화합물층(34)을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트.

【청구항 3】

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 보호층(30)의 두께는 20 내지 200 μ m인 것을 특징으로 하는 저항가열 보트.

【청구항 4】

저항가열 방식으로 금속증발물을 기판에 진공증착시키는 저항가열 보트의 제조방법에 있어서,
흑연층 (31)을 증발시키고자 하는 물질을 위치시킬 수 있도록 표면에 증발부위 홀(2)을 갖는 보트 형태로 가공하는 단계와;
상기 흑연층(31) 표면에 질소화합물을 코팅시키는 단계와;

상기 흑연층(31)의 중발부위 홀(2)에 알루미늄을 위치시킨 후, 열처리를 통해 상기 질소 화합물과 알루미늄을 반응시켜서, 흑연층(31)의 표면에 상기 흑연층(31)이 상기 금속중발물과 반응하지 않도록 하는 보호층(30)을 형성시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 5】

제4항에 있어서, 상기 질소화합물을 코팅시키는 단계에 있어서, 알루미늄과 질소화합물 사이의 반응을 촉진시키기 위한 촉매제를 상기 질소화합물과 함께 코팅시키는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 6】

제4항 또는 제5항에 있어서, 상기 질소화합물을 코팅시키는 단계에 있어서, 상기 질소화합물은 질화붕소인 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 7】

제5항에 있어서, 상기 촉매제는 산화알루미늄, 티타늄, 바나듐, 철 및 실리콘으로 이루어진 군중에서 1종 이상을 선택하는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 8】

제4항 또는 제5항에 있어서, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 상기 코팅된 두께가 0.005 내지 0.4g/dm²이 되도록 하는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 9】

제4항 또는 제5항에 있어서, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 스프레이 방식으로 코팅시키는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【청구항 10】

제4항 또는 제5항에 있어서, 상기 코팅시키는 단계에 있어서, 페인트 방식으로 코팅시키는 것을 특징으로 하는 저항가열 보트의 제조방법.

【도면】

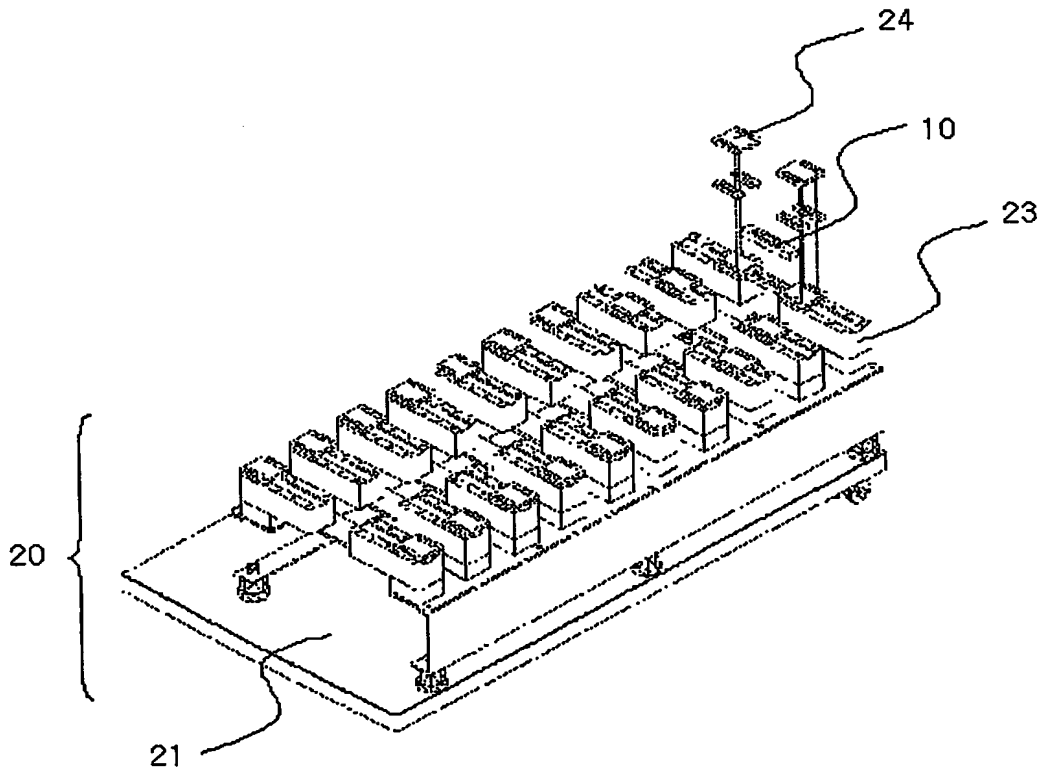
【도 1a】



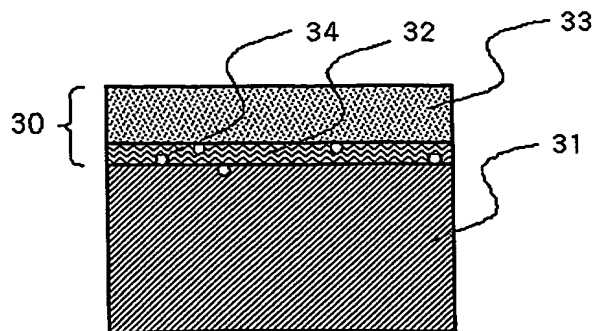
【도 1b】



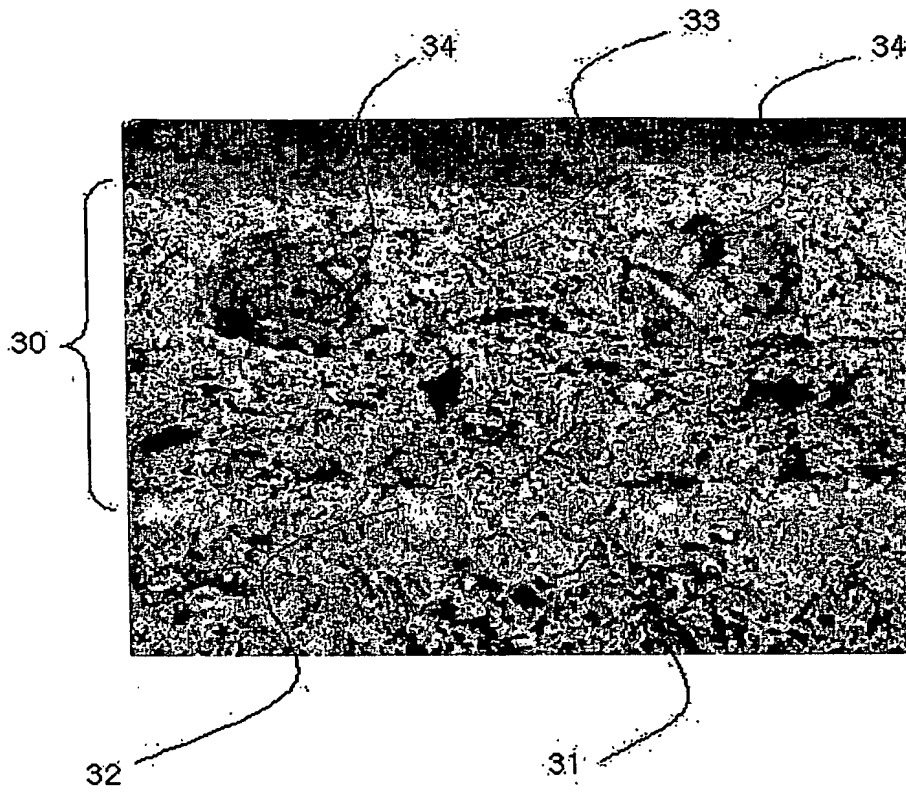
【도 2】



【도 3】



【도 4】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.